DIN EN ISO 12677:2013-02 (D)

Chemische Analyse von feuerfesten Erzeugnissen durch Röntgenfluoreszenz-Analyse (RFA) - Schmelzaufschluss-Verfahren (ISO 12677:2011); Deutsche Fassung EN ISO 12677:2011

Inhalt

Seite

Vorwort 4

1 Anwendungsbereich 5

2 Normative Verweisungen 5

3 Werkstoffarten 5

4 Kurzbeschreibung 6

5 Geräte 6

6 Probenzerkleinerung 7

7 Massenänderung beim Glühen (und/oder Trocknen) 8

8 Aufschlussmittel 8
8.1 Auswahl des Aufschlussmittels und Verhältnis Aufschlussmittel zu Probe 8
8.2 Ausgleich für Feuchte im Aufschlussmittel 9

9 Schmelz-Aufschluss 9
9.1 Aufschmelzen der Probe und Gießen der Tabletten 9
9.2 Automatische Tablettenherstellung 12
9.3 Lagerung 12
9.4 Besondere Probleme 12

10 Kalibrierung 12
10.1 Kalibrier-Standardproben 12
10.2 Reagenzien und Serien-Referenzmaterialien (SeRMs) 13
10.3 Kalibrierung unter Verwendung von Reagenzien 14
10.4 Kalibrierung mit SeRMs 21

11 Korrekturen 22
11.1 Linienüberlagerungs-Korrektur 22
11.2 Untergrundkorrektur 22
11.3 Driftkorrektur 23
11.4 Berechnung der Ergebnisse 23
11.5 Anforderungen an das Rechenprogramm 24

12 Vergleichpräzision und Wiederholpräzision 25
12.1 Schmelzversuche 25
12.2 Häufigkeit der Geräteprüfungen 25
12.3 Wiederholpräzision der Probenhalter 25
12.4 Messposition der Probe 26
12.5 Wiederholpräzision des Gerätes 26
12.6 Sequenzsysteme 26
12.7 Totzeit 27
12.8 Weitere Prüfungen 27
12.9 Zählgas 27

13 Mit zertifizierten Referenzmaterialien gemessene Präzision 27
13.1 Gültigkeit einer synthetischen Kalibrierung 27
13.2 Gültigkeit einer SeRM-Kalibrierung 27
13.3 Neue Aufschlüsse der zur Überprüfung der SeRM-Kalibrierungen verwendeten ZRMs oder synthetischen Standards 28

14 Definition der Nachweisgrenzen **28**

15 Prüfbericht **28**

Anhang A (normativ) **Kalibrierbereiche und Nachweisgrenzen** **30**

Anhang B (normativ) **Korrekturen für Wolframcarbid-Mahlwerkzeuge** **37**

Anhang C (informativ) **Beispiele für Aufschlussmittel/Verhältnis Aufschlussmittel zu Probe** **39**

Anhang D (normativ) **Beispiele für ZRMs zur Überprüfung von synthetischen Kalibrierungen** **40**

Anhang E (normativ) **Beispiele für SeRM** **46**

Anhang F (normativ) **Gleichung zur theoretischen Berechnung** **51**

Anhang G (normativ) **Zertifizierte Referenzmaterialien (ZRMs)** **52**

Anhang H (normativ) **Korrekturverfahren zur Kompensierung von durch Nebenbestandteilen hervorgerufenen Effekten bei der Anwendung von SeRMs bei der Kalibrierung** **55**

Anhang I (normativ) **Mit zertifizierten Referenzmaterialien erreichte Standardabweichungen** **81**

Literaturhinweise **88**